

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-003466

(43)Date of publication of application : 07.01.1997

(51)Int.Cl.

C10M115/08
C10M169/02
// (C10M169/02
C10M105:18
C10M105:36
C10M105:38
C10M107:08
C10M107:10
C10M115:08)
C10N 20:02
C10N 30:06
C10N 30:08
C10N 40:04
C10N 50:10

(21)Application number : 07-156293

(71)Applicant : NIPPON SEIKO KK
NIPPON OIL CO LTD

(22)Date of filing : 22.06.1995

(72)Inventor : NAKA MICHIHARU
YOKOUCHI ATSUSHI
KOIZUMI HIDEKI
ISO KENICHI
KINOSHITA HIROSHI
NOMURA SOICHI
ITANO FUMIHIRO

(54) GREASE COMPOSITION FOR ROLLING BEARING

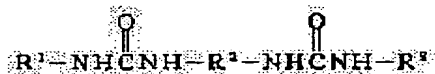
(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a grease composition for rolling bearing, comprising a mixture of diurea compounds having a specified composition as a thickening agent, capable of greatly prolonging the lubricating and flaking lives, etc., of bearings under high-temperature and high-speed conditions and useful when applied to electrical equipment parts of an automobile.

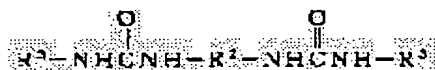
CONSTITUTION: This composition comprises (B) 10-60 pts.wt. mixture of diurea compounds having a composition of (i) 25-90mol% diurea compound of formula I (R1 is a 7-12C hydrocarbon containing an aromatic ring; R2 is a 6-15C bivalent hydrocarbon containing an aromatic ring), (ii) 9-50mol% diurea compound of formula II (R3 is cyclohexyl or a 7-12C alkylcyclohexyl) and (iii) 1-30mol% diurea compound of formula III and further 0.55-0.95 value of [number of R1s/(number of R1s)+(number of R3s)] in the mixture as an athickening agent based on (A) 100 pts.wt. base oil therein. A base oil, consisting essentially of a dialkylphenyl ether and/or an ester-based synthetic oil and having 40-400mm²/ sec kinematic



I



II



III

viscosity at 40° C is preferred as the component (A).

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 23.10.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3337593

[Date of registration] 09.08.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-3466

(43)公開日 平成9年(1997)1月7日

(51)Int.Cl.⁸

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 1 0 M 115/08

C 1 0 M 115/08

169/02

169/02

// (C 1 0 M 169/02

105: 18

105: 36

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 13 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願平7-156293

(22)出願日

平成7年(1995)6月22日

(71)出願人 000004204

日本精工株式会社

東京都品川区大崎1丁目6番3号

(71)出願人 000004444

日本石油株式会社

東京都港区西新橋1丁目3番12号

(72)発明者 中 道治

神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号

日本精工株式会社総合研究所内

(72)発明者 横内 敦

神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号

日本精工株式会社総合研究所内

(74)代理人 弁理士 酒井 一

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 転がり軸受用グリース組成物

(57)【要約】

【構成】ジアルキルジフェニルエーテル及び／又はエステル系合成油、ポリ α オレフィン等の基油100重量部に對し増ちょう剤として式(1)のジウレア化合物25～90モル%、式(2)のジウレア化合物9～50モル%、および式(3)のジウレア化合物1～30モル% (R^1 : C7～12の芳香族環含有炭化水素基、 R^2 : C6～15の2価の芳香族環含有炭化水素基、 R^3 : シクロヘキシル基またはC7～12のアルキルシクロヘキシル基)の組成を有しかつ (R^1 / $(R^1 + R^3)$) が0.55～0.95のジウレア化合物の混合物10～60重量部を含む転がり軸受用グリース組成物。

【化7】



【効果】前記グリース組成物は高温・高速での軸受潤滑寿命、はく離寿命などに優れ自動車電装部品、補機の転がり軸受用グリース組成物として有用である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 基油100重量部に対して増ちょう剤として、(a)一般式(1)

【化1】



で表されるジウレア化合物25～90モル%、(b)一般式(2)

【化2】



で表されるジウレア化合物9～50モル%および、(c)一般式(3)

【化3】



で表されるジウレア化合物1～30モル% (式中、 R^1 は炭素数7～12の芳香族環含有炭化水素基、 R^2 は炭素数6～15の2価の芳香族環含有炭化水素基を示し、 R^3 はシクロヘキシル基または炭素数7～12のアルキルシクロヘキシル基を示す。)の組成を有し、かつ混合物中の(R^1 の数/ $(R^1$ の数+ R^3 の数))の値が0.55～0.95であるジウレア化合物の混合物10～60重量部を含有することを特徴とする転がり軸受用グリース組成物。

【請求項2】 ジアルキルジフェニルエーテルおよび/またはエステル系合成油を必須成分とし、40℃における動粘度が40～400mm²/sである基油100重量部に対して増ちょう剤として、(a)一般式(1)

【化4】



で表されるジウレア化合物25～90モル%、(b)一般式(2)

【化5】



で表されるジウレア化合物9～50モル%および、(c)一般式(3)

【化6】



で表されるジウレア化合物1～30モル% (式中、 R^1 は炭素数7～12の芳香族環含有炭化水素基、 R^2 は炭素数6～15の2価の芳香族環含有炭化水素基を示し、 R^3 はシクロヘキシル基または炭素数7～12のアルキ

ルシクロヘキシル基を示す。)の組成を有し、かつ混合物中の(R^1 の数/ $(R^1$ の数+ R^3 の数))の値が0.55～0.95であるジウレア化合物の混合物10～60重量部を含有することを特徴とする転がり軸受用グリース組成物。

【請求項3】 前記基油の必須成分を除く基油がポリ- α -オレフィンであることを特徴とする請求項2記載の転がり軸受用グリース組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、転がり軸受用グリース組成物に関し、特にオルタネータ、カーエアコン用電磁クラッチ、中間プーリ、電動ファンモータなどの自動車電装部品、補機などの転がり軸受に使用するグリース組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】自動車においては、小型軽量化を目的としたFF車(フロントエンジン・フロント駆動車)の普及により、またさらに居住空間の拡大の要望により、エンジンルームの縮小を余儀なくされ、オルタネータ、カーエアコン用電磁クラッチ、中間プーリ、電動ファンモータなどの電装部品、補機の小型軽量化が一層進められている。加えて電装部品、補機自体は高性能、高出力のものがますます求められており、例えばオルタネータでは、小型化による出力低下分を設計上高速化することにより補っている。さらに、静粛性向上の要望によりエンジンルームの密閉化が進み、エンジンルーム内の高温化が促進されるため、より一層高温に耐える仕様の部品が必要となっている。これら電装部品、補機には転がり軸受が使用されており、転がり軸受の潤滑には主としてグリースが使用されている。現在、自動車の電装部品、補機等の密封型軸受用グリースの要求としては、はく離寿命・軸受潤滑寿命が長いこと、グリース漏れが少ないこと、低温性能に優れること、さび止め性能に優れること、軸受音響性能に優れていることなどが挙げられる。

【0003】特開平5-98280号、特開平5-194979号および特開平5-263091号各公報に開示されている、増ちょう剤として末端が芳香族系炭化水素基主体のジウレア化合物を用いたグリースは、軸受のはく離寿命を延長させることができるが、流動性に劣るため高温・高速条件下で軸受が焼き付き、軸受潤滑寿命に問題がある。

【0004】また、特開平3-79698号、特開平5-140576号および特開平6-17079号各公報に開示されている、増ちょう剤として末端がシクロヘキシル基主体のジウレア化合物を用いたグリースは、高温・高速条件下における軸受潤滑寿命が長く優れているものの、はく離寿命が充分ではない。

【0005】さらに特開平4-253796号公報に開示されている、増ちょう剤として末端がシクロヘキシル基およびアルキル基の混合系であるジウレア化合物を用いたグ

リース、ならびに特開平6-88085号公報に開示されている、増ちょう剤として末端が芳香族系炭化水素基、シクロヘキシル基およびアルキル基の3成分混合系であるジウレア化合物を用いたグリースは、はく離寿命が劣り、せん断安定性が悪く、グリース漏れも大きく、不十分なものである。

【0006】また特開昭61-155496号公報に開示されている、増ちょう剤として末端が長鎖アルキルフェニル基およびシクロヘキシル基であるジウレア化合物を用いたグリースは、ある程度高温高速条件での使用には耐えうるものの、 d_{mn} 値60万以上、温度150℃以上という過酷な条件で使用した場合には耐久性に劣るものである。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、特に高温・高速条件下での軸受潤滑寿命およびはく離寿命などが大幅に延長された転がり軸受用グリース組成物を提供するものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】すなわち本発明によれば、基油100重量部に対して増ちょう剤として、(a)一般式(1)で表されるジウレア化合物2.5~9.0モル%、(b)一般式(2)で表されるジウレア化合物9~50モル%、および(c)一般式(3)で表されるジウレア化合物1~30モル%

【0009】

【化7】



【0010】(式中、 R^1 は炭素数7~12の芳香族環含有炭化水素基、 R^2 は炭素数6~15の2価の芳香族環含有炭化水素基を示し、 R^3 はシクロヘキシル基または炭素数7~12のアルキルシクロヘキシル基を示す。)の組成を有し、かつ混合物中の(R^1 の数/ R^1 の数+ R^3 の数)の値が0.55~0.95であるジウレア化合物の混合物10~60重量部を含有することを特徴とする転がり軸受用グリース組成物が提供され

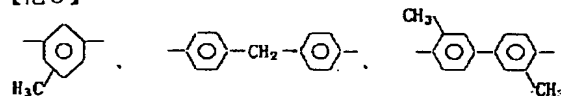
る。

【0011】以下、本発明の内容を詳細に説明する。本発明のグリース組成物においては、増ちょう剤として前記一般式(1)で表されるジウレア化合物2.5~9.0モル%、好ましくは5.0~7.0モル%、さらに好ましくは6.0~6.5モル%；前記一般式(2)で表されるジウレア化合物9~50モル%、好ましくは1.5~4.0モル%、さらに好ましくは1.5~3.5モル%；および、前記一般式(3)で表されるジウレア化合物1~30モル%、好ましくは1~1.5モル%、さらに好ましくは5~15モル%の組成を有するジウレア化合物の混合物を使用する。

【0012】前記一般式(1)、(2)および(3)の各式中、 R^1 は炭素数7~12の芳香族環含有炭化水素基であり、具体的には例えば、トリル基、キシリル基、 β -フェニル基、 t -ブチルフェニル基、ドデシルフェニル基、ベンジル基、メチルベンジル基などが挙げられる。 R^2 は炭素数6~15の2価の芳香族環含有炭化水素基であり、具体的には例えば、以下に例示する基などが特に好ましく用いられる。

【0013】

【化8】

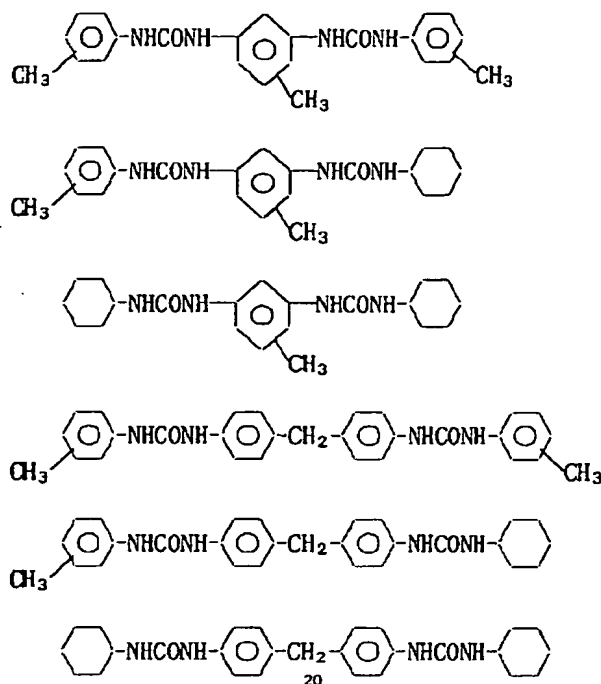


【0014】また R^3 はシクロヘキシル基または炭素数7~12のアルキルシクロヘキシル基であり、具体的には例えば、シクロヘキシル基、メチルシクロヘキシル基、ジメチルシクロヘキシル基、エチルシクロヘキシル基、ジエチルシクロヘキシル基、プロピルシクロヘキシル基、イソプロピルシクロヘキシル基、1-メチル-3-プロピルシクロヘキシル基、ブチルシクロヘキシル基、ペンチルシクロヘキシル基、ペンチルメチルシクロヘキシル基、ヘキシルシクロヘキシル基などが挙げられ、特にシクロヘキシル基または炭素数7~8のアルキルシクロヘキシル基、例えばメチルシクロヘキシル基、エチルシクロヘキシル基などが好ましい。

【0015】前記一般式(1)、(2)または(3)で表されるジウレア化合物の具体例としては、例えば以下に例示する化合物などを特に好ましく用いることができる。

【0016】

【化9】



【0017】前記ジウレア化合物の混合物において、 R^1 および R^3 の総数に占める R^1 の数の割合、すなわち $(R^1 \text{の数} / (R^1 \text{の数} + R^3 \text{の数}))$ の値は0.55～0.95、好ましくは0.6～0.9、さらに好ましくは0.65～0.85である。この値が0.55未満であると充分な離寿命が得られず、0.95を超えると流動性が低くなるために軸受が焼き付くおそれがある。

【0018】本発明のグリース組成物において、前記増ちょう剤の含有量は、基油100重量部に対し10～60重量部、好ましくは15～55重量部、さらに好ましくは20～50重量部である。前記増ちょう剤の含有量が10重量部未満の場合はゲル化能が不足し十分な硬さが得られず、またグリース漏れも多くなる。一方、60重量部を超える場合は高温・高速での耐久寿命が著しく悪くなる。

【0019】前記増ちょう剤としてのジウレア化合物の混合物を調製するには、公知の方法により各一般式(1)～(3)に相当する化合物を調製した後、前記所望の配合割合で混合することにより得ることができる他、例えば、一般式 $OCN-R^2-NCO$ で表されるジイソシアネートと、一般式 R^1-NH_2 で表される第一級アミンおよび R^3-NH_2 で表される第一級アミン($R^1 \sim R^3$ は前記一般式(1)～(3)の $R^1 \sim R^3$ と同一である)とを好ましくは10～200℃、特に好ましくは60～100℃で反応させることにより一段階の反応で製造することもできる。反応物を過不足なく反応させるために、前記ジイソシアネートと前記各第一級アミンとの使用モル比を実質的に1:2とすることが望ましい。また、 R^1

$-NH_2$ で表される第一級アミンと R^3-NH_2 で表される第一級アミンとの使用モル比は通常6:4～9:1、好ましくは8:2～7:3とすることが望ましい。それぞれの使用モル比が前記範囲外の場合には、所望のモル比となる増ちょう剤を得ることが困難であるので好ましくない。また、反応の際に揮発性の溶媒を使用してもよいが、基油を溶媒として使用するとそのまま本発明のグリース組成物とすることもできる。

【0020】本発明のグリース組成物に用いる基油は、特に限定されず、通常、潤滑油の基油として使用されている油はすべて使用することができる。好ましくは、低温流動性不足による起動トルクの増大や、高温で油膜が形成され難いために焼き付きが生じやすくなることを避けるために、40℃における動粘度が、好ましくは40～400 mm^2/s 、特に好ましくは60～250 mm^2/s 、さらに好ましくは80～150 mm^2/s である基油などが望ましい。この動粘度は、通常ガラス式毛管式粘度計により測定した際の値を基準とすることができる。

【0021】前記基油の具体例としては、鉱油系、合成油系または天然油系の潤滑基油などが挙げられる。前記鉱油系潤滑基油としては、鉱油を減圧蒸留、溶剤脱れき、溶剤抽出、水素化分解、溶剤脱ろう、硫酸洗浄、白土精製、水素化精製等を、適宜組み合わせ精製したものをを用いることができる。前記合成油系潤滑基油としては、炭化水素系油、芳香族系油、エステル系油、エーテル系油などが挙げられる。前記炭化水素系油としては、ノルマルパラフィン、イソパラフィン、ポリブテン、ポリイソブチレン、1-デセンオリゴマー、1-デセンと

エチレンとのコオリゴマーなどのポリ- α -オレフィンまたはこれらの水素化物などが挙げられる。前記芳香族系油としては、モノアルキルベンゼン、ジアルキルベンゼン、ポリアルキルベンゼンなどのアルキルベンゼン、あるいはモノアルキルナフタレン、ジアルキルナフタレン、ポリアルキルナフタレンなどのアルキルナフタレンなどが挙げられる。前記エステル系油としては、ジ-2-エチルヘキシルセバケート、ジオクチルアジペート、ジイソデシルアジペート、ジトリデシルアジペート、ジトリデシルグルタレートなどのジエステル、あるいはトリメチロールプロパンカプリレート、トリメチロールプロパンパラルゴネート、ペンタエリスリトール-2-エチルヘキサノエート、ペンタエリスリトールパラルゴネートなどのポリオールエステルなどが挙げられる。前記エーテル系油としては、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリエチレングリコールモノエーテル、ポリプロピレングリコールモノエーテルなどのポリグリコール、あるいはモノアルキルトリフェニルエーテル、アルキルジフェニルエーテル、ジアルキルジフェニルエーテル、ペンタフェニルエーテル、テトラフェニルエーテル、モノアルキルテトラフェニルエーテル、ジアルキルテトラフェニルエーテルなどのフェニルエーテルなどが挙げられる。その他の合成潤滑基油としてはトリクレシルフォスフェート、シリコン油、パーフルオロアルキルエーテルなどが挙げられる。これらの基油は単独または混合物として用いることができる。

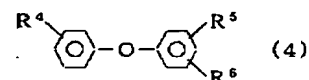
【0022】本発明においては上記したいずれの基油も好適に使用することができるが、転がり軸受のグリース寿命およびはく離寿命をさらに延長させるために、好ましくは前記好ましい動粘度範囲を示すジアルキルジフェニルエーテルおよび／またはエステル系合成油を必須成分とする基油を、通常、基油全量基準で10～100重

量%含む基油を使用するのが望ましい。ジアルキルジフェニルエーテルを必須とする場合はこれを基油全量基準で50～100重量%含有することが好ましく、エステル計合成油を必須とする場合はこれを基油全量基準で20～100重量%使用することが好ましい。ジアルキルジフェニルエーテルおよび／またはエステル系合成油以外の基油を併用する場合は、ポリ- α -オレフィンを使用することが好ましく、その配合量は基油全量基準で80重量%以下であることが望ましい。ジアルキルジフェニルエーテルをポリ- α -オレフィンと併用する場合はポリ- α -オレフィンの配合量は基油全量基準で50重量%以下であることが好ましい。エステル系合成油をポリ- α -オレフィンと併用する場合はポリ- α -オレフィンの配合量は基油全量基準で80重量%以下であることが好ましい。

【0023】前記ジアルキルジフェニルエーテルとは、下記一般式(4)(式中、 R^4 、 R^5 および R^6 は同一または異なる基であり、これらのうち一つは水素原子であり、他の二つはアルキル基であり、好ましくは炭素数8～20、さらに好ましくは12～14の直鎖アルキル基である)で表すことができる。

【0024】

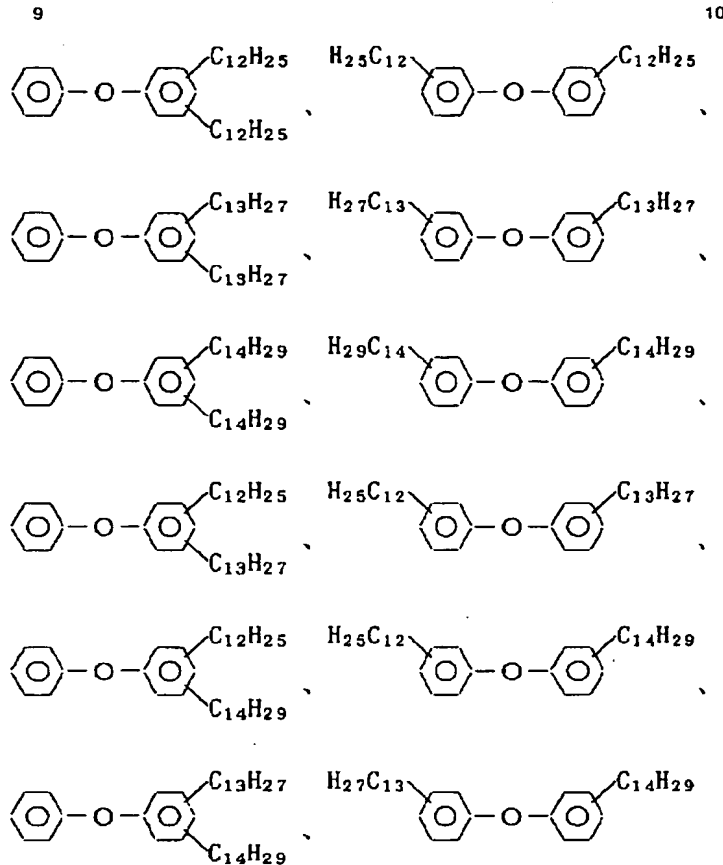
【化10】



【0025】前記ジアルキルジフェニルエーテルの具体例としては、例えば下記に例示する化合物などを挙げることができ、使用に際しては単独若しくは混合物として用いることができる。

【0026】

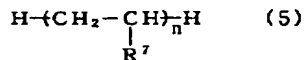
【化11】



【0027】前記ポリ- α -オレフィンとは、下記一般式(5)(式中、 R^7 はアルキル基であり、同一分子中に2種類以上の異なったアルキル基が混在してもよいが、好ましくは n -オクチル基である。また、 n は3~8の数が好ましい。)で表わすことができる。

【0028】

【化12】



【0029】前記ポリ- α -オレフィンの使用にあたっては、1種でも、また式中の R^7 および/または n が異なるものの混合物として用いることができる。

【0030】本発明のグリース組成物には、さらにその優れた性能を高めるため、必要に応じて公知の添加剤を含有させることもできる。この添加剤としては例えば、金属石けん、ペントン、シリカゲルなどのゲル化剤；アミン系、フェノール系、イオウ系、ジチオリン酸亜鉛などの酸化防止剤；塩素系、イオウ系、リン系、ジチオリン酸亜鉛、有機モリブデンなどの極圧剤；脂肪酸、動植物油などの油性剤；石油スルホネート、ジノニルナフタレンスルホネート、ソルビタンエステルなどのさび止め剤；ベンゾトリアゾール、亜硝酸ソーダなどの金属不活性化剤；ポリメタクリレート、ポリイソブチレン、ポリスチレンなどの粘度指数向上剤などが挙げられ、これらを単独または2種以上組み合わせて添加することができ

る。この際、添加剤などの添加量は、本発明の所望の目的を達成できれば特に限定されるものではないが、通常グリース組成物中に、20重量%以下含有させることができる。

【0031】本発明のグリース組成物を調製するには、前記基油に、前記増ちょう剤であるジウレア化合物の混合物、必要に応じて他の増ちょう剤や添加剤などを均一混合する方法等により得ることができる他、前述のとおり、前記増ちょう剤であるジウレア化合物の混合物を一段階の反応で調製する際に、溶媒として基油を用いることによって、そのまま本発明の組成物を得、必要に応じて各種添加剤などを添加する方法などにより得ることができる。

【0032】

【発明の効果】本発明のグリース組成物は、特定組成のジウレア化合物の混合物を増ちょう剤として含有するので、特に高温・高速条件下での軸受潤滑寿命およびはく離寿命などを大幅に延長させることができる。従って、特に自動車電装部品、補機などに使用される転がり軸受用グリース組成物として有用である。

【0033】

【実施例】以下、実施例および比較例によりさらに具体的に説明するが、本発明はこれらによりなんら限定されるものではない。

【0034】

【実施例 1】基油としてのポリオールエステル 100 重量部に、トリレンジイソシアネート（以下 TDI と略す）0.78 mol を添加し、60℃で加熱溶解させた後、p-トルイジン 1.40 mol およびシクロヘキシルアミン 0.16 mol を添加して 70℃にて加熱溶解・反応させた。続いて攪拌して生成したゲル状物質をロールミルに通して目的のグリースを得た。得られたグリースの組成を測定した結果、グリース中には、基油 100 重量部に対して増ちょう剤として、T_o-NHCONH-T-NHCONH-T_o で表されるジウレア化合物 81 モル%、T_o-NHCONH-T-NHCONH-C_y で表されるジウレア化合物 18 モル%、および C_y-NHCONH-T-NHCONH-C_y で表されるジウレア化合物 1 モル%の組成（式中、T_o はトリル基を、C_y はシクロヘキシル基を、T は下記式で示される基をそれぞれ示す）を有し、

【0035】

【化 13】



【0036】かつ混合物中の（T_oの数／（T_oの数＋C_yの数））の値が 0.90 であるジウレア化合物の混合物が 50 重量部含有されていた。

【0037】また得られたグリースについて、40℃における動粘度をガラス式毛管式粘度計により測定し、混和ちょう度を 1/2 ちょう度計により測定した。更に以下に示す各試験を行った。各測定結果および試験結果を表 1 に、またグリース中の増ちょう剤組成を表 2 に示す。

急加減速試験

内径 17 mm、外径 47 mm、幅 14 mm の接触ゴムシール付き深溝玉軸受（プラスチック保持器付き）にグリース 2.3 g を封入し、内輪回転速度 2000 rpm から 14000 rpm までの急加速と、14000 rpm から 2000 rpm までの急減速とを繰り返し、プーリ荷重 160 Kgf の条件で軸受を連続回転させた。500 時

間を耐久試験の目標とし、軸受外輪転送面にはく離が生じて振動が発生したとき、試験を終了とした。試験は 4 例行なった。

高温・高速焼き付き試験

内径 17 mm、外径 47 mm、幅 14 mm の接触ゴムシール付き深溝玉軸受（プラスチック保持器付き）にグリース 2.3 g を封入し、内輪回転速度 22000 rpm、軸受外輪温度 150℃、ラジアル荷重 10 Kgf、アキシヤル荷重 20 Kgf の条件で軸受を連続回転させた。1000 時間を耐久試験の目標とし、焼き付きが生じて軸受外輪温度が 165℃以上に上昇したとき、試験を終了とした。試験は 3 例行なった。

グリース漏洩試験

内径 17 mm、外径 47 mm、幅 14 mm の接触ゴムシール付き深溝玉軸受（プラスチック保持器付き）にグリース 2.3 g を封入し、内輪回転速度 15000 rpm、軸受外輪温度 150℃、ラジアル荷重 10 Kgf、アキシヤル荷重 20 Kgf の条件で軸受を 20 時間回転させ、試験終了時までに漏洩したグリース重量を測定した。試験は 4 例行なった。尚結果は、グリース全量に対する重量%として示す。10 重量%以下のものを合格とした。

【0038】

【実施例 2～14】TDI、ポリオールエステル、p-トルイジンおよびシクロヘキシルアミンの代わりに、表 1 に示す増ちょう剤原料および基油を用いた以外は、実施例 1 と同様にグリースを調製した。得られたグリース組成を実施例 1 と同様にグリース中の基油 100 重量部に対する増ちょう剤の組成を測定した。結果を表 2 に示す。また、得られたグリースについて実施例 1 と同様な測定および試験を行った。結果を表 1 に示す。

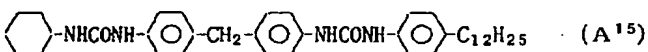
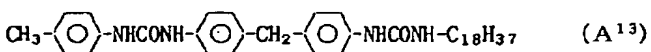
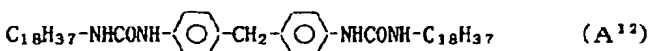
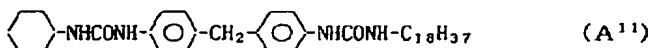
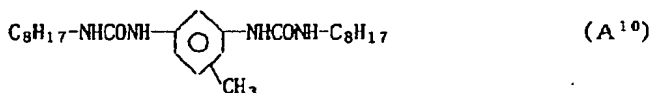
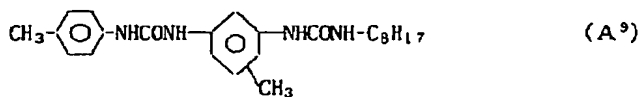
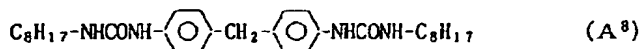
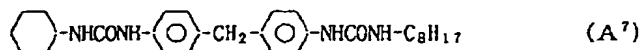
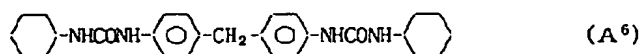
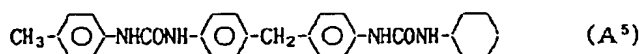
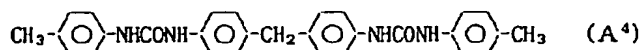
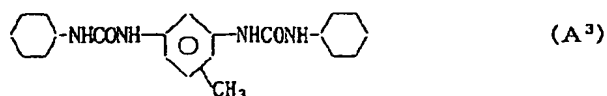
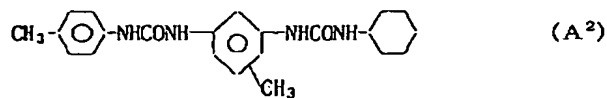
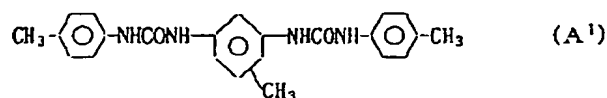
【0039】尚、以下の表 1～4 において、MDI はジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネートを、A¹～A¹⁶ は、下記式で表される化合物をそれぞれ示す。

【0040】

【化 14】

13

14



【0041】また基油としてのジアルキルジフェニルエーテルは、炭素数12～14アルキル基置換ジアルキルジフェニルエーテルの混合物を用いた。基油としてのポリ- α -オレフィンは、1-デセンの3～8量体水素化物の混合物を用いた。基油としてのジエステルは、ジオ

クチルセバケートを用いた。基油としてのポリオールエステルは、ペンタエリスリトールと炭素数8～12飽和カルボン酸との混合エステルを用いた。

【0042】

【表1】

実施例		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
増 ち 剤 と 原 油 と の 比	ジソシアネート	TDI	0.79			0.66			0.52			0.73			
	(mol)	MDI		0.54	0.55		0.43	0.44		0.32	0.33		0.54	0.44	0.54
	モノアミン	p-トルイジン	1.40	0.97	0.61	0.79	0.78	0.57	0.94	0.58	0.46	1.25	0.76	0.48	0.87
	(mol)	シクロヘキシルアミン	0.15	0.11	0.49	0.53	0.09	0.31	0.10	0.07	0.20	0.31	0.33	0.39	0.22
基 油 組 成	ジアルキルジフェニルエーテル(重量部)		100	70		70	70			89	100		40		
	ポリ- α -オレフィン(重量部)			30	67	30		100				80	60		90
	ジエステル(重量部)								20			20		20	10
	ポリオールエステル(重量部)	100			33					11				80	
鉱油(重量部)							30		80						
基油動粘度 (mm^2/sec , 40℃)		100	100	79	258	79	100	96	100	89	45	123	123	123	76
混和さう度		213	246	238	268	255	251	275	279	282	207	246	274	241	249
急加減速試験 (hr)	No.1	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500
	No.2	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500
	No.3	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500
	No.4	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500
高温・高速焼付き試験 (hr)	No.1	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
	No.2	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
	No.3	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
	No.4	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
グリース濃度試験 (重量%)	No.1	1.5	1.9	2.5	1.9	3.1	2.7	3.0	6.8	5.7	1.4	2.0	1.9	2.2	3.0
	No.2	1.8	2.2	2.5	2.8	3.9	3.4	3.6	7.1	6.4	1.7	2.3	2.8	2.4	3.6
	No.3	1.9	2.5	2.8	3.3	4.0	3.9	4.1	7.5	6.9	1.8	2.3	3.3	2.6	4.1
	No.4	2.0	3.2	3.0	3.6	4.5	4.2	4.1	8.4	7.2	2.1	2.7	3.6	3.1	4.1

注) 高温・高速焼付き試験において、実施例6のNo.3、実施例7、8及び14のNo.2、No.3及び実施例12のNo.3では、試験終了後、手回しゴリ感が大であり、焼付き寸前の状態であった。

【0043】

【表2】

実施例	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
増ちょう剤種類 (mol%)	A ¹ (81)	A ⁴ (81)	A ⁴ (30)	A ¹ (36)	A ⁴ (81)	A ⁴ (42)	A ¹ (81)	A ⁴ (81)	A ⁴ (49)	A ¹ (64)	A ⁴ (49)	A ⁴ (30)	A ⁴ (64)	A ⁴ (64)
	A ² (18)	A ⁵ (18)	A ⁵ (50)	A ² (48)	A ⁵ (18)	A ⁵ (46)	A ² (18)	A ⁵ (18)	A ⁵ (42)	A ² (32)	A ⁵ (42)	A ⁵ (50)	A ⁵ (32)	A ⁵ (32)
	A ³ (1)	A ⁶ (1)	A ⁶ (20)	A ³ (16)	A ⁶ (1)	A ⁶ (12)	A ³ (1)	A ⁶ (1)	A ³ (9)	A ³ (4)	A ⁶ (9)	A ⁶ (20)	A ⁶ (4)	A ⁶ (4)
一般式(1)、(2)及び(3)における (R ¹ の数)/(R ¹ の数+R ² の数)	0.90	0.90	0.55	0.60	0.90	0.65	0.90	0.89	0.70	0.80	0.70	0.55	0.80	0.80
基油100重量部に対する 増ちょう剤量(重量部)	(50)	(38)	(38)	(38)	(29)	(29)	(29)	(20)	(20)	(50)	(38)	(29)	(38)	(38)

【0044】

【比較例1〜14】TDI、ポリオールエステル、p-トルイジンおよびシクロヘキシルアミンの代わりに、表3に示す増ちょう剤原料および基油を用いた以外は、実施例1と同様にグリースを調製した。得られたグリース組成を実施例1と同様にグリース中の基油100重量部に対する増ちょう剤の組成を測定した。結果を表4に示す。また、得られたグリースについて実施例1と同様な測定および試験を行った。結果を表3に示す。

【0045】

【表3】

比較例		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
増 ち よ う 剤 原 料	ジソシアネート (mol)	TDI		0.63	0.59										
		MDI	0.36	0.52		0.41	0.39	0.34	0.42	0.28	0.19	0.21	0.18	0.33	0.33
	モノアミン (mol)	ε-トリジン	1.56		1.01	1.19		0.14					0.11	0.26	0.33
		ドデシルアニリン								0.28					
		シクロヘキシルアミン	0.17	0.52		0.75	0.62	0.27	0.84	0.28	0.11	0.21	0.25	0.40	0.33
		ステアールアミン				0.08	0.16	0.27			0.27	0.21			
		オクチルアミン		0.52	0.25										
基 油 組 成	ジアルキルジフェニルエーテル(重量部)	100			80	50				100	100		70	70	
	ポリ-α-オレフィン(重量部)		100	67	20		100					100	30	30	
	ジエステル(重量部)							20							100
	ポリオールエステル(重量部)			33		50		80	100						
基油動粘度 (mm ² /sec, 40℃)		100	48	263	79	55	256	26	32	100	100	48	79	79	12
混和ちよう度		195	230	290	285	270	260	258	270	250	245	250	312	276	292
急加減速試験 (hr)	No. 1	500	500	500	500	454	429	500	500	500	325	284	500	500	480
	No. 2	500	460	500	500	416	387	500	500	500	245	255	481	500	442
	No. 3	500	383	500	500	349	350	487	437	500	219	210	377	467	379
	No. 4	500	325	500	500	278	203	426	318	331	133	186	352	396	366
高温・高速焼付き試験 (hr)	No. 1	264	1000	687	512	1000	1000	1000	1000	1000	622	580	1000	1000	516
	No. 2	181	1000	655	490	1000	1000	1000	1000	1000	537	549	920	1000	494
	No. 3	122	952	598	472	1000	1000	1000	1000	914	421	371	816	1000	486
グリース潤滑試験 (重量%)	No. 1	1.3	2.3	2.8	1.9	7.3	8.2	9.5	2.4	5.9	18.3	20.1	10.2	7.1	8.5
	No. 2	1.3	2.5	3.0	2.3	8.0	9.0	16.7	2.9	7.3	27.5	25.9	12.6	7.9	9.3
	No. 3	1.5	2.6	3.0	2.6	8.9	10.8	21.0	3.6	8.2	38.1	35.0	14.5	8.4	10.1
	No. 4	1.6	2.8	3.1	2.7	10.2	12.7	23.8	3.7	9.3	40.8	39.8	16.0	9.0	12.5

注) 高温・高速焼付き試験において、比較例2のNo.2及び比較例6のNo.2、No.3では、試験終了後、手回しゴリ感が大きく、焼付き寸前の状態であった。

【0046】

【表4】

比 較 例	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
増ちょう剤種類 (mol %)	A ⁴ (81) A ⁵ (18) A ⁶ (1)	A ⁶ (25) A ⁷ (50) A ⁸ (25)	A ¹ (64) A ⁹ (32) A ¹⁰ (4)	A ¹ (100)	A ⁶ (81) A ¹¹ (18) A ¹² (1)	A ⁶ (64) A ¹¹ (32) A ¹² (4)	A ⁴ (4) A ⁶ (16) A ¹² (16) A ³ (16) A ¹¹ (16) A ¹³ (32) A ¹³ (16)	A ⁶ (100)	A ¹⁴ (25) A ¹⁵ (50) A ⁶ (25)	A ⁶ (9) A ¹¹ (42) A ¹² (49)	A ⁶ (25) A ¹¹ (50) A ¹² (25)	A ⁴ (9) A ⁵ (42) A ⁶ (49)	A ⁴ (16) A ⁵ (48) A ⁶ (36)	A ⁴ (25) A ⁵ (50) A ⁶ (25)
一般式(1)、(2)及び(3)における (R ¹ の数/(R ¹ の数+R ² の数))	0.90	-	-	-	-	-	0.34	-	-	-	-	0.31	0.40	0.50
基油100重量部に対する 増ちょう剤部(重量部)	(80)	(38)	(38)	(34)	(29)	(29)	(29)	(27)	(20)	(18)	(18)	(10)	(20)	(20)

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁶

C 1 0 M 105:38

107:08

107:10

115:08)

C 1 0 N 20:02

30:06

30:08

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

40:04

50:10

(72) 発明者 小泉 秀樹
神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目 5 番 50 号
日本精工株式会社総合研究所内
(72) 発明者 磯 賢一
神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目 5 番 50 号
日本精工株式会社総合研究所内

(72) 発明者 木下 広嗣
神奈川県横浜市中区千鳥町 8 番地 日本石
油株式会社中央技術研究所内
(72) 発明者 野村 宗市
神奈川県横浜市中区千鳥町 8 番地 日本石
油株式会社中央技術研究所内
(72) 発明者 板野 文裕
神奈川県横浜市中区千鳥町 8 番地 日本石
油株式会社中央技術研究所内